

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION D'ELECTION

(règle 61.2 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

Assistant Commissioner for Patents
United States Patent and Trademark
Office
Box PCT
Washington, D.C.20231
ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE

en sa qualité d'office élu

Date d'expédition (jour/mois/année) 17 février 2000 (17.02.00)	Demande internationale no PCT/FR99/01524
Date du dépôt international (jour/mois/année) 24 juin 1999 (24.06.99)	Référence du dossier du déposant ou du mandataire R 98088
Déposant BOCQUENET, Gérald etc	

1. L'office désigné est avisé de son élection qui a été faite:

☒ dans la demande d'examen préliminaire international présentée à l'administration chargée de l'examen préliminaire international le:

20 janvier 2000 (20.01.00)

☐ dans une déclaration visant une élection ultérieure déposée auprès du Bureau international le:

2. L'élection ☒ a été faite

☐ n'a pas été faite

avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou, lorsque la règle 32 s'applique, dans le délai visé à la règle 32.2b).

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse no de télécopieur: (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé R. Forax no de téléphone: (41-22) 338.83.38
--	--

TRAITE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

WO 99/67214
PCT/FR99/01524

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

PCRECU 17 JAN. 2000

AVIS INFORMANT LE DEPOSANT DE LA COMMUNICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE AUX OFFICES DESIGNES

(règle 47.1.c), première phrase, du PCT)

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
Rhodia Services
Direction de la Propriété
Industrielle
C.R.I.T.-Carrières
Boîte postale 62
F-69192 Saint-Fons Cedex
FRANCE

Date d'expédition (jour/mois/année) 29 décembre 1999 (29.12.99)		
Référence du dossier du déposant ou du mandataire R 98088		AVIS IMPORTANT
Demande internationale no PCT/FR99/01524	Date du dépôt international (jour/mois/année) 24 juin 1999 (24.06.99)	Date de priorité (jour/mois/année) 25 juin 1998 (25.06.98)
Déposant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES etc		

1. Il est notifié par la présente qu'à la date indiquée ci-dessus comme date d'expédition de cet avis, le Bureau international a communiqué, comme le prévoit l'article 20, la demande internationale aux offices désignés suivants:
CN,EP,JP,KR,US

Conformément à la règle 47.1.c), troisième phrase, ces offices acceptent le présent avis comme preuve déterminante du fait que la communication de la demande internationale a bien eu lieu à la date d'expédition indiquée plus haut, et le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale à l'office ou aux offices désignés.

2. Les offices désignés suivants ont renoncé à l'exigence selon laquelle cette communication doit être effectuée à cette date:
BR,BY,CA,CZ,ID,IN,PL,RO,RU,SG,SK,UA,VN

La communication sera effectuée seulement sur demande de ces offices. De plus, le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale aux offices en question (règle 49.1)a-bis)).

3. Le présent avis est accompagné d'une copie de la demande internationale publiée par le Bureau international le 29 décembre 1999 (29.12.99) sous le numéro WO 99/67214

RAPPEL CONCERNANT LE CHAPITRE II (article 31.2)a) et règle 54.2)

Si le déposant souhaite reporter l'ouverture de la phase nationale jusqu'à 30 mois (ou plus pour ce qui concerne certains offices) à compter de la date de priorité, la demande d'examen préliminaire international doit être présentée à l'administration compétente chargée de l'examen préliminaire international avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité.

Il appartient exclusivement au déposant de veiller au respect du délai de 19 mois.

Il est à noter que seul un déposant qui est ressortissant d'un Etat contractant du PCT lié par le chapitre II ou qui y a son domicile peut présenter une demande d'examen préliminaire international.

RAPPEL CONCERNANT L'OUVERTURE DE LA PHASE NATIONALE (article 22 ou 39.1))

Si le déposant souhaite que la demande internationale procède en phase nationale, il doit, dans le délai de 20 mois ou de 30 mois, ou plus pour ce qui concerne certains offices, accomplir les actes mentionnés dans ces dispositions auprès de chaque office désigné ou élu.

Pour d'autres informations importantes concernant les délais et les actes à accomplir pour l'ouverture de la phase nationale, voir l'annexe du formulaire PCT/IB/301 (Notification de la réception de l'exemplaire original) et le volume II du Guide du déposant du PCT.

Bureau international d l'OMPI 34, chemin des Colmbettes 1211 Genève 20, Suisse	Fonctionnaire autorisé J. Zahra
no de télécopieur (41-22) 740.14.35	no de téléphone (41-22) 338.83.38

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire R 98088	POUR SUITE voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après A DONNER	
Demande internationale n° PCT/FR 99/ 01524	Date du dépôt international(jour/mois/année) 24/06/1999	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour/mois/année) 25/06/1998
Déposant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES et al.		

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 3 feuilles.

☒ Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

1. Base du rapport

a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.

☐ la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.

b. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :

☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.

☐ déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.

☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.

☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.

☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.

☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2. ☐ Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).

3. ☐ Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

4. En ce qui concerne le **titre**,

☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.

☐ Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

5. En ce qui concerne l'**abrégé**,

☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant

☐ le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

6. La figure **des dessins** à publier avec l'abrégé est la Figure n°

☐ suggérée par le déposant.

☐ parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.

☐ parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

☐ Aucune des figures n'est à publier.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

CT/FR 99/01524

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 C07D201/08

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 C07D C07C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	EP 0 151 440 A (BASF AG) 14 août 1985 (1985-08-14) le document en entier ---	1-13
Y	DE 19 44 910 A (TEIJIN LTD.) 9 avril 1970 (1970-04-09) revendications ---	1-13
A	FR 2 755 132 A (RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES) 30 avril 1998 (1998-04-30) le document en entier ---	1-13
A	US 4 628 085 A (MARES FRANK ET AL) 9 décembre 1986 (1986-12-09) le document en entier ---	1-13
	-/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

13 septembre 1999

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

21/09/1999

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Chouly, J

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

T/FR 99/01524

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 96 22974 A (RHONE POULENC FIBRES ;COTTING MARIE CHRISTINE (FR); LAURENT GILBER) 1 août 1996 (1996-08-01) cité dans la demande revendications	1-13
A	EP 0 659 741 A (RHONE POULENC CHIMIE) 28 juin 1995 (1995-06-28) cité dans la demande le document en entier	1-13
P,Y	WO 98 37063 A (GUIT RUDOLF PHILIPPUS MARIA ;BUIJS WIM (NL); DSM NV (NL); AGTERBER) 27 août 1998 (1998-08-27) le document en entier, en particulier page 8	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

Information on patent family members

PCT/FR 99/01524

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0151440	A	14-08-1985	DE 3403574 A	08-08-1985
			DE 3566253 A	22-12-1988
			US 4599199 A	08-07-1986
DE 1944910	A	09-04-1970	CH 517749 A	15-01-1972
			FR 2017388 A	22-05-1970
			GB 1268869 A	29-03-1972
			US 3658810 A	25-04-1972
			NL 6913502 A	06-03-1970
FR 2755132	A	30-04-1998	EP 0938473 A	01-09-1999
			WO 9817641 A	30-04-1998
US 4628085	A	09-12-1986	NONE	
WO 9622974	A	01-08-1996	FR 2729949 A	02-08-1996
			BR 9606939 A	23-12-1997
			CA 2211015 A	01-08-1996
			CN 1169146 A	31-12-1997
			EP 0805801 A	12-11-1997
			JP 10506123 T	16-06-1998
EP 0659741	A	28-06-1995	FR 2714379 A	30-06-1995
			CA 2138884 A	24-06-1995
			CN 1107841 A	06-09-1995
			JP 2769983 B	25-06-1998
			JP 8034772 A	06-02-1996
			SG 43113 A	17-10-1997
			US 5493021 A	20-02-1996
WO 9837063	A	27-08-1998	EP 0860431 A	26-08-1998
			AU 6006198 A	09-09-1998

PCT

ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE
Bureau international



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : C07D 201/08	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 99/67214 (43) Date de publication internationale: 29 décembre 1999 (29.12.99)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/01524 (22) Date de dépôt international: 24 juin 1999 (24.06.99) (30) Données relatives à la priorité: 98/08258 25 juin 1998 (25.06.98) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES [FR/FR]; 25, quai Paul Doumer, F-92408 Courbevoie Cedex (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): BOCQUENET, Géraud [FR/FR]; 17, le Verger Sud, F-69360 Communay (FR). CHIARELLI, Henri [FR/FR]; Lotissement Vialarzeu, Rue du 30 Mai 1944, F-69360 Communay (FR). LECONTE, Philippe [FR/FR]; 43, rue Sainte-Beuve, F-69330 Meyzieu (FR). (74) Mandataire: ESSON, Jean-Pierre; Rhodia Services, Direction de la Propriété Industrielle, C.R.I.T.-Carrières, Boîte postale 62, F-69192 Saint-Fons Cedex (FR).		(81) Etats désignés: BR, BY, CA, CN, CZ, ID, IN, JP, KR, PL, RO, RU, SG, SK, UA, US, VN, brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>
(54) Title: METHOD FOR EVAPORATING AMINONITRILE (54) Titre: PROCEDE DE VAPORISATION D'AMINONITRILE (57) Abstract The invention concerns a method for evaporating aminonitrile and water in conditions limiting or eliminating the formation of heavy by-products in particular amino-carboxylic acid oligomers. To avoid said inconvenience, said method for evaporating aminonitrile and water is characterised in that the water in vapour state serves as balance gas for evaporation. (57) Abrégé La présente invention concerne la vaporisation d'aminonitrile et d'eau dans des conditions limitant ou éliminant la formation de sous-produits lourds notamment d'oligomères d'acide amino-carboxylique. Pour éviter cet inconvénient, il a maintenant été trouvé un procédé de vaporisation d'aminonitrile et d'eau, caractérisé en ce que l'eau à l'état de vapeur sert de gaz vecteur à la vaporisation.		

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakhstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

PROCEDE DE VAPORISATION D'AMINONITRILE

La présente invention concerne la vaporisation d'aminonitrile et d'eau dans des conditions limitant ou éliminant la formation de sous-produits lourds notamment d'oligomères d'acide amino-carboxylique.

La réaction entre un aminonitrile et l'eau conduit à la formation de lactame, en particulier du caprolactame dans le cas de la mise en oeuvre d'aminonitrile-6.

Cette réaction peut être réalisée en phase liquide à chaud et sous une pression élevée. Elle peut également être effectuée en phase vapeur. Pour ce deuxième mode de réalisation, il est donc nécessaire de transformer l'aminonitrile et l'eau à l'état de vapeur. A titre d'exemples de réalisation d'hydrolyse d'aminonitrile en phase vapeur, on peut se référer notamment au brevet EP-A-0 659 741 et à la demande internationale WO-A-96/22974.

Le choix du mode de vaporisation de l'aminonitrile et de l'eau n'est pas trivial.

En effet, il peut être envisagé de réaliser un mélange liquide eau/aminonitrile, puis de chauffer ce mélange à une température suffisante pour vaporiser les deux constituants. On observe alors la formation de composés lourds à fonction amide ou acide carboxylique salifiée (oligomères). Ces composés sont susceptibles de se fixer au moins en partie sur le catalyseur et ainsi de diminuer sa durée de vie. D'autre part, ils se déposent dans l'appareillage et l'encrassent. Cela nécessite le nettoyage périodique dudit appareillage, donc l'arrêt de l'installation de manière relativement fréquente, avec toutes les conséquences économiques que l'on imagine.

Une autre technique envisageable serait de vaporiser séparément les flux d'aminonitrile et d'eau. Il a été constaté par la Demanderesse qu'aux températures nécessaires pour vaporiser l'aminonitrile, celui-ci se dégrade en proportions non négligeables, pour donner un composé de type amidine ou polyamidine (condensation de plusieurs molécules d'aminonitrile avec élimination d'ammoniac).

Pour éviter ces différents inconvénients, il a maintenant été trouvé un procédé de vaporisation d'aminonitrile et d'eau, caractérisé en ce que l'eau à l'état de vapeur sert de gaz vecteur pour cette vaporisation.

La dégradation de l'aminonitrile dépend de la température d'évaporation et du temps de séjour du liquide pendant son évaporation. Ainsi dans le procédé de l'invention, le temps de séjour du liquide est minimisé par la technologie de l'évaporateur, et l'eau à l'état de vapeur diminue la pression partielle de l'aminonitrile, ce qui abaisse sa température d'évaporation.

Le rapport molaire eau/aminonitrile peut varier très largement dans le procédé de l'invention. Il dépend essentiellement du procédé d'hydrolyse cyclisante dans lequel les réactifs seront engagés. Ce rapport molaire entre l'eau et l'aminonitrile engagés se situe

habituellement entre 0,5 et 100 et de préférence entre 1 et 20. La valeur supérieure de ce rapport n'est pas critique pour l'invention, mais des rapports plus élevés n'ont guère d'intérêt pour la réaction d'hydrolyse, pour des questions économiques.

De manière générale, la vapeur d'eau sera à une température de 120°C à 600°C
5 et de préférence de 200°C à 550°C.

L'aminonitrile sera généralement mis en oeuvre à une température de 20°C à 300°C. De préférence, cette température sera de 100°C à 250°C.

Le mélange aminonitrile/vapeur d'eau est porté rapidement dans un échangeur thermique, à une température où la vaporisation du mélange est totale.

10 Cette température peut être le cas échéant celle à laquelle sera réalisée la réaction entre l'aminonitrile et l'eau. Une telle température de réaction se situe habituellement entre 200°C et 450°C et de préférence entre 250°C et 400°C.

La pression absolue à laquelle est réalisée la vaporisation de l'aminonitrile est généralement de 0,1 à 3 bar.

15 L'aminonitrile utilisé dans le procédé de l'invention est plus particulièrement un aminonitrile aliphatique, linéaire ou ramifié, ayant de 3 à 12 atomes de carbone.

A titre d'exemples, on peut citer plus particulièrement les aminonitriles aliphatiques provenant de l'hydrogénation en fonction amine primaire d'une des deux fonctions nitriles des dinitriles tels que l'adiponitrile, le méthylglutaronitrile,
20 l'éthylsuccinonitrile,
le diméthylsuccinonitrile, le malononitrile, le succinonitrile, le glutaronitrile, le dodecanedinitrile.

L'aminonitrile le plus important est l'amino-6 capronitrile dont l'hydrolyse cyclisante conduit au caprolactame, dont la polymérisation fournit le polyamide 6.

25 Par commodité, dans ce qui suit, on pourra se référer plus particulièrement à l'amino-6 capronitrile (ou ACN).

La mise en oeuvre du procédé est réalisée à l'aide d'un système sans rétention de liquide.

30 Les technologies qui peuvent être retenues pour limiter le temps de séjour du produit en phase liquide pendant l'évaporation sont de deux types :

- évaporation en film de l'aminonitrile sur une surface chauffée,
- évaporation d'un brouillard d'aminonitrile au moins partiellement liquide dans la vapeur d'eau surchauffée; dans ce cas les contacts liquide/paroi chaude sont remplacés par un contact gaz/gouttes de liquide.

35 Dans le cas d'une évaporation en film sur une surface chauffée, la chaleur nécessaire à l'évaporation est amenée d'une part par la chaleur sensible de la vapeur et de l'aminonitrile et d'autre part par transfert de chaleur au travers de la surface d'évaporation. L'évaporateur est du type évaporateur à film tombant.

La distribution du liquide sur les tubes de l'évaporateur peut se faire selon les systèmes de distribution généralement utilisés dans ce type de technologie :

- alimentation de l'aminonitrile au moins partiellement liquide sur la plaque tubulaire, puis distribution de cet aminonitrile dans chaque tube,

- 5 - distribution de l'aminonitrile au moins partiellement liquide dans chaque tube par pulvérisation en brouillard de ce dernier au dessus de la plaque tubulaire ; cette technologie présente par rapport à la précédente l'avantage de diminuer encore le temps de séjour en phase liquide à haute température ; la pulvérisation du liquide peut se faire par l'intermédiaire d'une buse alimentée par le liquide uniquement ou mieux par une
- 10 buse alimentée simultanément par le liquide et la vapeur d'eau.

Dans le cas d'une évaporation en brouillard par contact gaz/gouttes de liquide, la chaleur est totalement apportée par la chaleur sensible des deux constituants, l'aminonitrile au moins partiellement en phase liquide et l'eau en phase vapeur.

- La température de la vapeur d'eau et celle de l'aminonitrile au moins partiellement
- 15 liquide sont choisies de telle façon que le brouillard obtenu soit à une température égale ou supérieure au point de rosée du mélange eau/aminonitrile constituant ledit brouillard. Le point de rosée dépend bien évidemment du rapport eau/aminonitrile et est facilement déterminé pour le rapport choisi.

- Ainsi, à titre d'exemple, à pression atmosphérique, le point de rosée est de 180°C
- 20 pour un rapport molaire eau/amino-6 capronitrile (ACN) de 4, de 110°C pour un rapport molaire eau/ACN de 56, de 210°C pour un rapport eau/ACN de 1 et de 230°C pour l'ACN pur.

- Cette évaporation en brouillard par contact gaz/gouttes de liquide peut être monoétagée ou multiétagée. Dans le cas où l'évaporation est monoétagée,
- 25 la température de l'aminonitrile et de la vapeur d'eau sont telles que la vaporisation du liquide peut être totale ou partielle. Si l'évaporation est multiétagée, le flux d'aminonitrile, préchauffé à 230°C, par exemple, est subdivisé en plusieurs parties, trois ou quatre ; la première partie de ce liquide est mélangée à la vapeur d'eau surchauffée, à 300°C par exemple, de telle manière que la totalité du liquide se vaporise, la température du
- 30 mélange baissant simultanément aux environs du point de rosée du fait de la vaporisation. Le mélange à l'état vapeur est ensuite surchauffé, à 300°C par exemple, puis remélangé à la seconde partie du liquide qui se vaporise à son tour; le processus est répété autant de fois que nécessaire pour obtenir la vaporisation totale du liquide. Dans ce procédé, le brouillard de liquide est généré à chaque étage par des buses de
- 35 pulvérisation, le mélange étant ensuite réalisé dans un volume suffisant pour assurer la vaporisation totale du liquide.

Le système de vaporisation de l'aminonitrile sera choisi de préférence de telle façon que la durée de présence d'aminonitrile liquide dans ledit système, comprenant le préchauffage dudit aminonitrile, soit inférieur ou égal à une minute, préférentiellement inférieur ou égal à 5 secondes.

5 Les exemples qui suivent illustrent la présente invention.

EXEMPLE 1

200 g/h d'amino-6 capronitrile (ACN) préchauffé à 230°C et 129 g/h de vapeur d'eau à 300°C sont injectés au travers d'une buse de 1 mm.

10 Le brouillard ainsi formé est vaporisé, puis surchauffé à 300°C à l'aide d'un échangeur, avant d'alimenter un réacteur d'hydrolyse contenant 162 g d'alumine, ledit réacteur étant maintenu à 300°C.

Sur plus de 400 h de fonctionnement, aucun encrassement du réacteur, ni aucune diminution de l'activité catalytique (mesurée par le taux de transformation de l'ACN à 15 débit constant égal à 99 %) n'ont été constatés.

ESSAI COMPARATIF 1

329 g/h d'un mélange ACN/eau à 61 % en poids d'ACN sont alimentés dans un évaporateur de 200 ml chauffé à 300°C.

20 Le mélange gazeux sortant de l'évaporateur est envoyé dans un réacteur d'hydrolyse contenant 162 g d'alumine, ledit réacteur étant maintenu à 300°C.

L'essai est arrêté après 172 h de fonctionnement. Pendant cette période, le taux de transformation de l'ACN est passé de 99 % à 95 %.

Après démontage de l'appareillage, on constate la présence d'un solide 25 (polyamide 6) à l'intérieur de l'évaporateur, ainsi qu'à l'entrée du réacteur d'hydrolyse (25 % de la hauteur du contenu dudit réacteur sont pris en masse).

REVENDICATIONS

1 - Procédé de vaporisation d'aminonitrile et d'eau, caractérisé en ce que l'eau à l'état de vapeur sert de gaz vecteur pour la vaporisation.

5

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vapeur d'eau est mise en oeuvre à une température de 120°C à 600°C et de préférence de 200°C à 550°C.

10

3 - Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'aminonitrile est mis en oeuvre à une température de 20°C à 300°C et de préférence de 100°C à 250°C.

15

4 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que le mélange d'aminonitrile dans la vapeur d'eau obtenu est porté rapidement dans un échangeur thermique, à une température où la vaporisation du mélange est totale.

20

5 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que le mélange d'aminonitrile dans la vapeur d'eau obtenu est porté à la température de réaction entre l'aminonitrile et l'eau, de préférence à une température de 200°C à 450°C et plus préférentiellement de 250°C à 400°C.

25

6 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'aminonitrile est un aminonitrile aliphatique, linéaire ou ramifié, ayant de 3 à 12 atomes de carbone.

30

7 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'aminonitrile provient de l'hydrogénation en fonction amine primaire de l'une des deux fonctions nitriles d'un dinitrile choisi parmi l'adiponitrile, le méthylglutaronitrile, l'éthylsuccinonitrile, le diméthylsuccinonitrile, le malononitrile, le succinonitrile, le glutaronitrile, le dodécanedinitrile et est de préférence l'amino-6 capronitrile.

35

8 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la vaporisation de l'aminonitrile est réalisée sous une pression absolue de 0,1 à 3 bar.

9 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il est mis en oeuvre avec un système sans rétention de liquide.

10 - Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que l'on utilise l'une des technologies suivantes :

- évaporation en film de l'aminonitrile sur une surface chauffée, dans un évaporateur de type film tombant ;
- 5 - évaporation d'un brouillard d'aminonitrile au moins partiellement liquide dans la vapeur d'eau surchauffée.

11 - Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la distribution de l'aminonitrile sur les tubes que comporte l'évaporateur à film tombant est effectuée par :

- 10 - alimentation de l'aminonitrile au moins partiellement liquide sur la plaque tubulaire, puis distribution de cet aminonitrile dans chaque tube,
- distribution de l'aminonitrile au moins partiellement liquide dans chaque tube par pulvérisation en brouillard de ce dernier au dessus de la plaque tubulaire.

- 15 12 - Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'évaporation d'un brouillard d'aminonitrile au moins partiellement liquide dans la vapeur d'eau surchauffée est monoétagée ou multiétagée.

- 20 13 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que le système de vaporisation de l'aminonitrile est choisi de telle façon que la durée de présence d'aminonitrile liquide dans ledit système soit inférieur ou égal à une minute, préférentiellement inférieur ou égal à 5 secondes.

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

X

Expéditeur: L'ADMINISTRATION CHARGÉE DE
L'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
RHODIA SERVICES
Direction de la Propriété
Centre de Recherche Lyonnais
B.P. 62
F-69192 Saint-Fons Cedex
FRANCE

PCT

NOTIFICATION DE TRANSMISSION DU
RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE
INTERNATIONAL
(règle 71.1 du PCT)

Date d'expédition
(jour/mois/année) 13.04.2000

Référence du dossier du déposant ou du mandataire

--- R 980 88

NOTIFICATION IMPORTANTE

Demande internationale No.
PCT/FR99/01524

Date du dépôt international (jour/mois/année)
24/06/1999

Date de priorité (jour/mois/année)
25/06/1998

Déposant

RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES et al.

REÇU 17 AVR. 2000

1. Il est notifié au déposant que l'administration chargée de l'examen préliminaire international a établi le rapport d'examen préliminaire international pour la demande internationale et le lui transmet ci-joint, accompagné, le cas échéant, de ces annexes.
2. Une copie du présent rapport et, le cas échéant, de ses annexes est transmise au Bureau international pour communication à tous les offices élus.
3. Si tel ou tel office élu l'exige, le Bureau international établira une traduction en langue anglaise du rapport (à l'exclusion des annexes de celui-ci) et la transmettra aux offices intéressés.


4. RAPPEL

Pour aborder la phase nationale auprès de chaque office élu, le déposant doit accomplir certains actes (dépôt de traduction et paiement des taxes nationales) dans le délai de 30 mois à compter de la date de priorité (ou plus tard pour ce qui concerne certains offices) (article 39.1) (voir aussi le rappel envoyé par le Bureau international dans le formulaire PCT/IB/301).

Lorsqu'une traduction de la demande internationale doit être remise à un office élu, elle doit comporter la traduction de toute annexe du rapport d'examen préliminaire international. Il appartient au déposant d'établir la traduction en question et de la remettre directement à chaque office élu intéressé.

Pour plus de précisions en ce qui concerne les délais applicables et les exigences des offices élus, voir le Volume II du Guide du déposant du PCT.

Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international

 Office européen des brevets
D-80298 Munich
Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d
Fax: +49 89 2399 - 4465

Fonctionnaire autorisé

Ambroa, J.R.

Tél. +49 89 2399-8012





TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire ---	POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR99/01524	Date du dépôt international (jour/mois/année) 24/06/1999	Date de priorité (jour/mois/année) 25/06/1998
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB C07D201/08		
Déposant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES et al.		
<p>1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.</p> <p>2. Ce RAPPORT comprend 5 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.</p> <p><input type="checkbox"/> Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).</p> <p>Ces annexes comprennent feuilles.</p>		
<p>3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:</p> <ul style="list-style-type: none"> I <input checked="" type="checkbox"/> Base du rapport II <input type="checkbox"/> Priorité III <input type="checkbox"/> Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle IV <input type="checkbox"/> Absence d'unité de l'invention V <input checked="" type="checkbox"/> Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration VI <input checked="" type="checkbox"/> Certains documents cités VII <input type="checkbox"/> Irrégularités dans la demande internationale VIII <input type="checkbox"/> Observations relatives à la demande internationale 		
Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 20/01/2000	Date d'achèvement du présent rapport 13.04.2000	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:  Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Fonctionnaire autorisé Fanni, S N° de téléphone +49 89 2399 8712	

**RAPPORT D'EXAMEN
PRELIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR99/01524

I. Base du rapport

1. Ce rapport a été rédigé sur la base des éléments ci-après (*les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées, dans le présent rapport, comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications.*) :

Description, pages:

1-4 version initiale

Revendications, N°:

1-13 version initiale

2. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- ☐ de la description, pages :
☐ des revendications, n°s :
☐ des dessins, feuilles :

3. ☐ Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

4. Observations complémentaires, le cas échéant :

V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications 1-13
	Non : Revendications
Activité inventive	Oui : Revendications 1-13
	Non : Revendications
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications 1-13
	Non : Revendications

**RAPPORT D'EXAMEN
PRELIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR99/01524

2. Citations et explications

voir feuille séparée

VI. Certain documents cités

1. Certains documents publiés (règle 70.10)

et / ou

2. Divulgations non écrites (règle 70.9)

voir f uille séparée

POINT V

Il est fait référence aux documents suivantes:

D1: WO 96 22974 A cité dans la demande

D2: DE 19 44 910 A

D3: EP-A-0 151 440

D4: US-A-4 628 085

D5: EP-A-0 659 741 cité dans la demande

D6: FR-A-2 755 132

NOUVEAUTÉ

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D1 en ce que l'aminonitrile et l'eau sont mélangé, vaporisé et surchauffés avant d'alimenter le réacteur où le procédé d'hydrolyse cyclisant prend place, et que la vapeur d'eau sert de gaz vecteur pour cette vaporisation.

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D2 et D3 en ce que dans le procédé de cyclisation à lactame un aminonitrile est utilisé comme réactant à la place de l'acide ou de l'amide correspondant.

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D4 et D5 en ce que dans le procédé de cyclisation à lactame le catalyseur utilisé est une alumine.

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D6 en ce qu'il ne concerne pas un procédé de traitement d'un lactame résultant d'un procédé d'hydrolyse cyclisante.

L'objet de la présente demande est donc conforme à l'article 32(2) PCT.

ACTIVITÉ INVENTIVE

Le problème que se propose de résoudre la présente application est considéré comme étant la limitation de la formation de sous-produit lourdes lorsque de la vaporisation

d'aminonitrile e d'eau.

Ledit problème a été résolu, comme le montrent l'exemple 1 et l'essai comparatif 1 de page 4.

D1 est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la présente demande et décrit un procédé de préparation de lactame par réaction en phase vapeur d'un aminonitrile aliphatique avec de l'eau, en présence d'une alumine comme catalyseur.

Aucun des susmentionnés documents relève d'un procédé de vaporisation de l'aminonitrile dans lequel l'eau à l'état de vapeur sert de gaz vecteur pour cette vaporisation.

La solution du problème proposée par la présente demande est par conséquent considérée comme impliquant une activité inventive (article 33(3) PCT).

APPLICATION INDUSTRIELLE

L'objet de la présente demande est susceptible d'application industrielle (article 34(4) a) i) PCT).

ITEM VI

Certains documents publiés (règle 70.10): WO 98 37063

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference R 98088	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/FR99/01524	International filing date (day/month/year) 24 June 1999 (24.06.99)	Priority date (day/month/year) 25 June 1998 (25.06.98)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C07D 201/08		
Applicant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.
- ☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of _____ sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☒ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 20 January 2000 (20.01.00)	Date of completion of this report 13 April 2000 (13.04.2000)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR99/01524

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.*):

- ☐ the international application as originally filed.
- ☒ the description, pages 1-4, as originally filed,
pages _____, filed with the demand,
pages _____, filed with the letter of _____,
pages _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the claims, Nos. 1-13, as originally filed,
Nos. _____, as amended under Article 19,
Nos. _____, filed with the demand,
Nos. _____, filed with the letter of _____,
Nos. _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the drawings, sheets/fig _____, as originally filed,
sheets/fig _____, filed with the demand,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement**1. Statement**

Novelty (N)	Claims	1-13	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-13	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-13	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

Reference is made to the following documents:

D1: WO-A-96/22974, cited in the application

D2: DE-A-19 44 910

D3: EP-A-0 151 440

D4: US-A-4 628 085

D5: EP-A-0 659 741, cited in the application

D6: FR-A-2 755 132

NOVELTY

The subject matter of the present application differs from that described in D1 mainly in that aminonitrile and water are mixed, vaporised and superheated prior to being fed to the reactor where the cyclisation hydrolysis takes place, and in that the water steam is used as a carrier gas for said vaporisation.

The subject matter of the present application differs from that described in D2 and D3 mainly in that an aminonitrile is used as a reactant instead of the corresponding acid or amide in the lactam cyclisation method.

The subject matter of the present application differs from

that described in D4 and D5 mainly in that an alumina is used as a catalyst in the lactam cyclisation method.

The subject matter of the present application differs from that described in D6 in that it does not relate to a method for treating a lactam resulting from a cyclisation hydrolysis method.

The subject matter of the present application therefore meets the requirements of PCT Article 33(2).

INVENTIVE STEP

The problem that the present application aims to solve is considered to be that of limiting the formation of heavy by-products when vaporising aminonitrile and water.

Said problem has been solved, as is shown in Example 1 and comparative test 1 of page 4.

D1, which is considered to be the prior art closest to the subject matter of the present application, describes a method for preparing lactam by reacting, in vapour-phase, an aliphatic aminonitrile with water in the presence of an alumina as a catalyst.

None of the above-mentioned documents discloses an aminonitrile vaporisation method wherein water steam acts as a carrier gas in said vaporisation.

The solution to said problem, as proposed in the present application, is therefore considered to involve an inventive step (PCT Article 33(3)).

INDUSTRIAL APPLICABILITY

The subject matter of the present application is industrially applicable (PCT Article 33(4)).

TRAITE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

REC'D 17 APR 2000

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)

12T



Référence du dossier du déposant ou du mandataire ---	POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR99/01524	Date du dépôt international (jour/mois/année) 24/06/1999	Date de priorité (jour/mois/année) 25/06/1998
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB C07D201/08		
Déposant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES et al.		

1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.
2. Ce RAPPORT comprend 5 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.
 - ☐ Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).

Ces annexes comprennent feuilles.

3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:

- I ☒ Base du rapport
- II ☐ Priorité
- III ☐ Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- IV ☐ Absence d'unité de l'invention
- V ☒ Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- VI ☒ Certains documents cités
- VII ☐ Irrégularités dans la demande internationale
- VIII ☐ Observations relatives à la demande internationale

Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 20/01/2000	Date d'achèvement du présent rapport 13.04.2000
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:  Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Fonctionnaire autorisé Fanni, S N° de téléphone +49 89 2399 8712 

**RAPPORT D'EXAMEN
PRELIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR99/01524

I. Bas du rapport

1. Ce rapport a été rédigé sur la base des éléments ci-après (*les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées, dans le présent rapport, comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications.*) :

Description, pages:

1-4 version initiale

Revendications, N°:

1-13 version initiale

2. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- ☐ de la description, pages :
☐ des revendications, n°s :
☐ des dessins, feuilles :

3. ☐ Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

4. Observations complémentaires, le cas échéant :

V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications 1-13 Non : Revendications
Activité inventive	Oui : Revendications 1-13 Non : Revendications
Possibilité d'application industriel	Oui : Revendications 1-13 Non : Revendications

**RAPPORT D'EXAMEN
PRELIMINAIRE INTERNATIONAL**

D mande internationale n° PCT/FR99/01524

2. Citations et explications

voir feuille séparée

VI. Certain documents cités

1. Certains documents publiés (règle 70.10)

et / ou

2. Divulgations non écrites (règle 70.9)

v ir feuille séparée

POINT V

Il est fait référence aux documents suivantes:

D1: WO 96 22974 A cité dans la demande

D2: DE 19 44 910 A

D3: EP-A-0 151 440

D4: US-A-4 628 085

D5: EP-A-0 659 741 cité dans la demande

D6: FR-A-2 755 132

NOUVEAUTÉ

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D1 en ce que l'aminonitrile et l'eau sont mélangés, vaporisés et surchauffés avant d'alimenter le réacteur où le procédé d'hydrolyse cyclisante prend place, et que la vapeur d'eau sert de gaz vecteur pour cette vaporisation.

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D2 et D3 en ce que dans le procédé de cyclisation à lactame un aminonitrile est utilisé comme réactant à la place de l'acide ou de l'amide correspondant.

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D4 et D5 en ce que dans le procédé de cyclisation à lactame le catalyseur utilisé est une alumine.

L'objet de la présente demande diffère principalement de celui décrit par D6 en ce qu'il ne concerne pas un procédé de traitement d'un lactame résultant d'un procédé d'hydrolyse cyclisante.

L'objet de la présente demande est donc conforme à l'article 32(2) PCT.

ACTIVITÉ INVENTIVE

Le problème que se propose de résoudre la présente application est considéré comme étant la limitation de la formation de sous-produit lourds lorsque de la vaporisation

d'aminonitrile e d'eau.

Ledit problème a été résolue, comme le montrent l'exemple 1 et l'essai comparatif 1 de page 4.

D1 est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la présente demande et décrit un procédé de préparation de lactame par réaction en phase vapeur d'un aminonitrile aliphatique avec de l'eau, en présence d'une alumine comme catalyseur.

Aucun des susmentionnés documents relève d'un procédé de vaporisation de l'aminonitrile dans lequel l'eau à l'état de vapeur sert de gaz vecteur pour cette vaporisation.

La solution du problème proposée par la présente demande est par conséquent considérée comme impliquant une activité inventive (article 33(3) PCT).

APPLICATION INDUSTRIELLE

L'objet de la présente demande est susceptible d'application industrielle (article 34(4) a) i) PCT).

ITEM VI

Certains documents publiés (règle 70.10): WO 98 37063